

ESTUDIO DEL EFECTO COMPATIBILIZANTE DE DOS DIFERENTES AGENTES EN COMPUESTOS EPÓXICO / FIBRA DE MADERA MEDIANTE ANÁLISIS DINÁMICO MECÁNICO.

M. Mendoza Duarte*, M. Bustillos, R. Ibarra Gómez, S. Flores Gallardo.

Centro de Investigación en Materiales Avanzados S.C.

Miguel de Cervantes #120, Complejo Industrial Chihuahua. C.P. 31109

*[*monica.mendoza@cimav.edu.mx](mailto:monica.mendoza@cimav.edu.mx)*

RESUMEN

En el presente trabajo, el grado de reforzamiento que generan dos diferentes agentes compatibilizantes N-octyltriethoxysilano (Silano 6341) y N-(β -aminoethyl)- β -aminopropyl-trimethoxylane (Silano 6020) en compuestos epóxico / fibra de madera es evaluado. El estudio se llevó a cabo en un Analizador Dinámico Mecánico, mediante pruebas de barrido de temperatura, y relajación de esfuerzos. Para evaluar el efecto de la compatibilización y el contenido de fibra en las propiedades termo-mecánicas de los compuestos se prepararon cuatro diferentes formulaciones para cada uno de los agentes compatibilizantes con concentraciones de 10, 20, 30 y 40% en peso de fibra de madera inmersos en una matriz epóxica. Se observaron diferencias en la estabilidad térmica de los compuestos, donde para el compuesto con 30% aserrín tratado con silano 6341 hubo un incremento en la temperatura de transición de 19 °C y para la composición de 40% con el mismo agente el incremento fue de 8 °C ambos con respecto al epóxico sin reforzar, mientras que para bajas concentraciones de fibra la estabilidad térmica no experimentó ninguna variación en ambos agentes compatibilizantes.

Por otro lado los resultados de las pruebas de esfuerzo-relajación nos indican que los compuestos tratados con silano 6020 a concentraciones de fibra iguales o menores al 20% muestran una mayor adherencia en la interfase fibra-polímero, mientras que a concentraciones de 30 y 40% de aserrín, el silano 6341 proporcionó una mejor compatibilización.

INTRODUCCIÓN.

Materiales poliméricos termofijos, debido a sus propiedades mecánicas, son ampliamente utilizados como materiales de ingeniería en aplicaciones aeroespaciales, automotrices, eléctricas (transformadores) y diversas estructuras civiles. Por lo tanto, es de gran importancia conocer la durabilidad de estos materiales. [1]

Los polímeros termofijos usualmente pasan por tres estados físicos. En el estado A la resina se encuentra en estado líquido. En el estado B, el material es casi insoluble pero aún tiene características termoplásticas. Sin embargo, puede tomar relativamente poco tiempo para pasar de un estado fundido a un estado rigidez o entrecruzamiento. La reacción de entrecruzamiento es alcanzada en las últimas etapas de polimerización, durante el moldeo del producto final bajo temperatura y presión controladas. De esta manera los termofijos construyen una red estructural tridimensional de cadenas poliméricas entrecruzadas y el producto final es insoluble y no reformable térmicamente [2].

Gran variedad de materiales son utilizados como reforzantes de este tipo de matrices tales como: aramidas, carbon y fibras naturales [3]. Trabajos previos describen la amplia gama de reforzantes que pueden utilizarse así como sus propiedades mecánicas [4,5]. Uno de los materiales que ha llamado la atención para emplearlo como sustituto de las fibras sintéticas son las fibras naturales [5]. Estas fibras tienen la ventaja de encontrarse de manera abundante en la naturaleza, son de bajo costo debido a que son material de desecho y además presentan buenas propiedades mecánicas. Desafortunadamente, el comportamiento mecánico de los composites poliméricos termofijos es fuertemente afectado cuando son expuestos a condiciones de elevadas temperaturas y altos esfuerzos.

El reforzamiento de una matriz, depende de la transferencia de esfuerzos de la matriz polimérica hacia las fibras reforzantes. Si la compatibilización es débil, la falla ocurrirá en la interfase matriz-fibra y no se observará mejoría alguna en la resistencia del compuesto [6].

Para mejorar la interacción fibra natural/polímero, es necesario modificar las fibras superficialmente debido a su naturaleza hidrofílica, lo cual modificara la polaridad entre la fibra y el polímero, para lograr una mejor adherencia entre ambos .

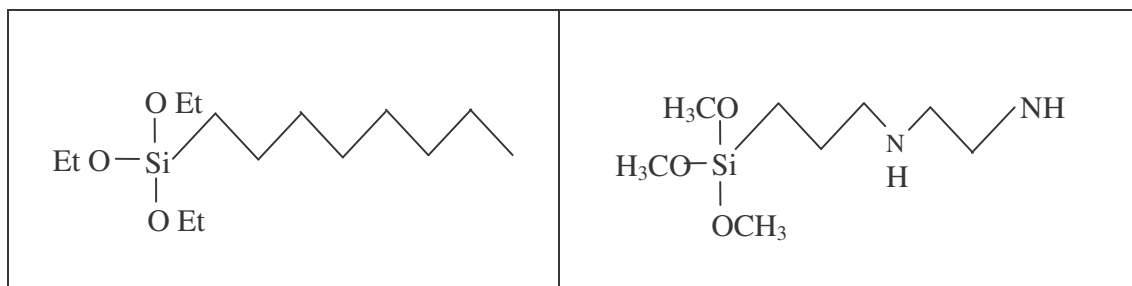
En el presente trabajo, se estudió un material compuesto de matriz epóxica y fibra de madera modificada superficialmente con dos diferentes agentes compatibilizantes (silano 6020 y 6341). Se evaluó el grado de reforzamiento y el incremento en estabilidad térmica fueron mediante dos diferentes técnicas reológicas, barrido de temperatura en deformación dinámica y relajación de esfuerzos a una deformación determinada.

EXPERIMENTACION

La fibras de Madera fueron químicamente modificadas con dos diferentes agentes químicos Silano 6341 y Silano 6020 marca Dow Corning. Su estructura química se muestra en la tabla 1. Los silanos respectivos fueron mezclados con aserrín a una concentración de 2% en peso de silano con respecto al aserrín. Posteriormente el aserrín fue mezclado en agua con una relación aserrín agua de 1:2. El pH de la solución fue mantenido 2 mediante la adición de ácido acético. La pasta resultante se colocó en una estufa de convección forzada a una temperatura de 110°C durante 24 horas, para la eliminación total del agua.

Tabla 1. Características de los dos agentes compatibilizantes.

Silano 6341	Silano 6020
Gravedad específica (25°C): 0.875	Gravedad específica (25°C) : 1.04
Densidad: 0.874 g/cm ³	Pureza: 98%



Para la elaboración de los composites se utilizó una resina epóxica EPON con una viscosidad 25 -45 poise, y una densidad 1.18 gr/cm^3 . Para el curado de la resina se utilizó un catalizador de aminas alifáticas marca PACM, (cuya estructura química se muestra en la figura 1) en una relación epóxico:catalizador de 1: 0.28.

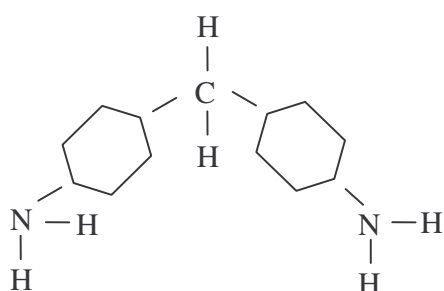


Figura 1. Estructura química del agente catalizador PACM

Se hicieron cuatro formulaciones con cada uno de los silanos variando la concentración de aserrín utilizando porcentajes en peso de 10,20,30 y 40%.

El mezclado de las formulaciones se llevó a cabo en una cámara mezcladora Brabender-plasticorder a temperatura ambiente. El tiempo de mezclado para el epóxico y el catalizador fue de 5 min a una velocidad de 5rpm, terminado este tiempo se adicionó el aserrín y se mezcló durante 10 minutos a una velocidad de 30 rpm.

Posteriormente, las formulaciones se moldearon por compresión una prensa tipo Carver, INC. a una temperatura de 80°C y una presión 2 ton durante 2 horas. Para lograr un mayor grado de entrecruzamiento cada una de las placas se sometió a una etapa de post curado en una estufa de convección forzada a una temperatura de 150°C durante 2 horas.

La estabilidad térmica de los compuestos, y el grado de reforzamiento inducido por los dos diferentes agentes compatibilizantes fueron evaluados mediante análisis mecánico dinámico (DMA), método que es ampliamente utilizado para investigar las propiedades viscoelásticas de los materiales compuestos. Las pruebas se llevaron a cabo en un Analizador Dinámico Mecánico modelo RSAIII de Ta Instruments. El modo de deformación aplicado fue en tres puntos, y las dimensiones promedio de las probetas analizadas fue de: 40mm x 10.03 mm x 3.90 mm.

Las técnicas empleadas fueron barrido de temperatura con un intervalo de 30 a 200°C utilizando una frecuencia de 1 Hz aplicando una velocidad de calentamiento de 5°C/min . Además se hicieron pruebas de relajación de esfuerzos con una deformación aplicada de 0.5% a una temperatura constante de 100°C .

RESULTADOS

La variación del módulo elástico con respecto a la temperatura de las muestras tratadas con silano 6020 y las muestras tratadas con silano 6341 se muestran en la figura 2.

Se observa que para la muestra de resina epóxica sin reforzamiento a una temperatura alrededor de 120 °C el módulo elástico disminuye considerablemente. La caída del valor del módulo a altas temperaturas se redujo con la incorporación de fibra a la matriz termofija. Sin embargo, a concentraciones iguales de fibra modificada en la matriz, no se observa un cambio significativo en el módulo, lo cual indica que los agentes compatibilizantes no influyen en esta propiedad. Por otro lado, se observa que a concentraciones de 30 y 40 % de aserrín modificado con el silano 6341 existe un incremento en la estabilidad térmica, sugiriendo una buena interacción entre la fibra y la matriz polimérica.

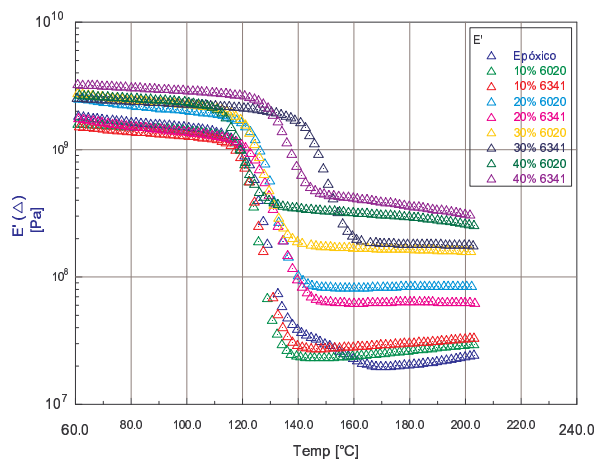


Figura 2. Variación de el módulo elástico con respecto a la temperatura para ambos silanos

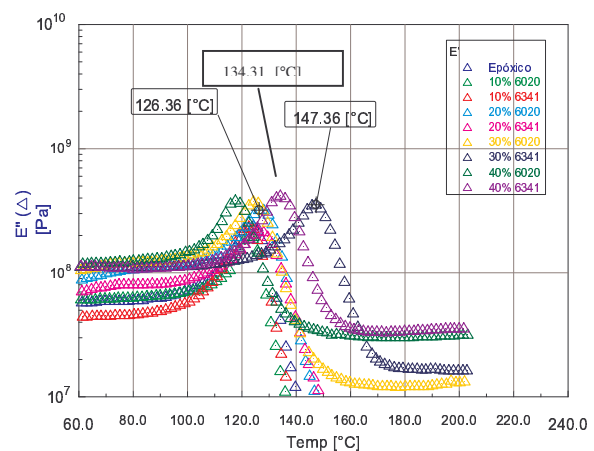


Figura 3. Variación del modulo dedisipación con respecto a la temperatura para ambos Silanos.

El incremento en la estabilidad térmica nos sugiere que la fibra se encuentra fuertemente adherida a la matriz, originando una mejor estabilidad mecánica a altas temperaturas. Se observa que la mejor compatibilización la otorga el silano 6341 a altas concentraciones de fibra. Esto debido a que la estructura química de este agente (Ver tabla 1) no interactúa químicamente con la matriz epóxica, mientras que el silano 6020 al contener aminas primarias en su estructura puede reaccionar con las cadenas de la matriz epóxica compitiendo con el agente entrecruzante PACM inhibiendo la reacción de entrecruzamiento.

El mecanismo de inhibición de entrecruzamiento causado por el silano 6020 a bajas concentraciones de fibra no tiene un efecto significativo ya que la relación silano/PACM es baja, sin embargo, a altas concentraciones de fibra, la relación silano/PACM aumenta y el efecto en la inhibición del curado de la resina es mas notorio.

En la figura 3 se muestra el efecto de la temperatura en el módulo de pérdida. Se observa que se obtuvo un incremento en la temperatura de transición en las formulaciones con 30 y 40% de aserrín tratado con silano 6341 de 21 y 8 °C respectivamente con respecto a la

temperatura de transición de la matriz epóxica sin relleno. Mientras que para el resto de las formulaciones la temperatura de transición es similar a la de la matriz epóxica. Con respecto a las pruebas de esfuerzo-relajación se calcularon los tiempos de relajación para cada una de las formulaciones (figura 4), donde se observa que estos tiempos son mayores para las muestras tratadas con silano 6020 y bajas concentraciones de fibra (10 y 20%). Sin embargo al aumentar la cantidad de fibra a 30 y 40%, lo cual sugiere una mayor concentración de silano en el compuesto, se observa que el tratamiento con silano 6341 ofrece una mejor interacción polímero-fibra, lo cual se ve reflejado en el incremento de los tiempos de relajación. En relación al tratamiento con silano 6020 se observa que a una concentración de 10% el tiempo de relajación para este compuesto es de 42 s, mientras que conforme se incrementa el porcentaje de fibra el tiempo de relajación disminuye significativamente para estos compuestos. Los resultados anteriores son consistentes con los resultados obtenidos en las pruebas de barrido de temperatura. Lo anterior, debido a que conforme se incrementa la relación silano 6020/PACM, el grado de entrecruzamiento se ve disminuido y por lo tanto los tiempos de relajación.

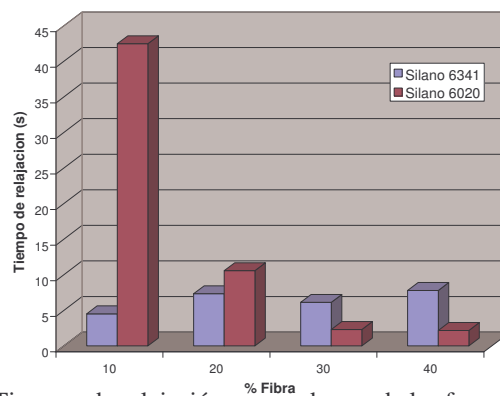


Figura 4. Tiempos de relajación para cada una de las formulaciones.

CONCLUSIONES

Se encontró un incremento en la estabilidad térmica para los compuestos tratados con silano 6341 a concentraciones de 30% y 40% de aserrín. Mientras que para bajas concentraciones de aserrín no se encontró una diferencia significativa.

Referencias

- [1] Termo-visco-plastic behaviour of fibre-reinforced polymer composites. E.Kontou, A. Kallimanis. Composites Science and Technology 66 (2006) 1588-1596.
- [2] Understanding rheology of thermosets. 10/04 V1 AAN015, revised by A.J. Franck, TA Instruments.
- [3] McCrum NG. Principles of polymer engineering. Oxford: Oxford University; 1988.
- [4] Jones FR. Glass fibres-surface treatment. In: Jones FR, editor. Handbook of polymer-fibre composites. Essex, UK: LongmanScientific and Technical; 1994. p. 42–8.
- [5] Lewin M, Pearce EM, editors. Handbook of fiber chemistry, 2nd ed. New York: Marcel Dekker; 1998.
- [6] Butyrate kraft lignin as compatibilizing agent for natural fiber reinforced thermoset composites. Wim Thielemans, Richard P. Wool., Composites Part A: applied science and manufacturing. A 35 (2004) 327-338.